

PENGARUH KOMPOSISI NANOKOMPOSIT $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ CORE-SHELL UNTUK APLIKASI ADSORBEN LOGAM BERAT

Syarifatul Yanasin

Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya

Email: syarifatulyanasin@gmail.com

Munasir, S.Si., M.Si.

Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya

Email: munasir_physics@unesa.ac.id

Abstrak

Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ telah berhasil dibuat dengan mencairkan PEG kemudian menambahkan nanopartikel Fe_3O_4 dan nanopartikel SiO_2 menggunakan metode kopresipitasi. Nanopartikel Fe_3O_4 dihasilkan dari ekstraksi pasir besi Lumajang dan nanopartikel SiO_2 dari pasir Bancar Tuban. Metode adsorpsi digunakan untuk mengetahui kapasitas serap serta konsentrasi Timbal (II) yang terserap oleh variasi massa komposisi nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ yang dipelajari. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Pb (II) teradsorpsi lebih tinggi pada komposisi Fe_3O_4 0,5 g dan SiO_2 0,5 g dibandingkan pada Fe_3O_4 0,25 g dan SiO_2 0,75 g maupun Fe_3O_4 0,75 g dan SiO_2 0,25 g dengan kapasitas adsorpsi berturut-turut 2,34 mg/g, 2,08 mg/g dan 2,02 mg/g.

Kata Kunci: nanokomposit, Nanopartikel Fe_3O_4 , nanopartikel SiO_2 , metode kopresipitasi, adsorpsi.

Abstract

Nanocomposite $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ has been successfully synthesized by liquefying PEG then adding Fe_3O_4 and SiO_2 nanoparticles using coprecipitation methods. The Fe_3O_4 nanoparticles are produced from Lumajang iron sand extraction and SiO_2 nanoparticles from the Tuban sand. The adsorption method was used to determine the absorptive capacity and concentration of Lead (II) absorbed by the mass variation of the $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ nanocomposite composition studied. The results showed that Pb (II) adsorbed higher in Fe_3O_4 0.5 g and SiO_2 0.5 g composition than Fe_3O_4 0.25 g and SiO_2 0.75 g or Fe_3O_4 0.75 g and SiO_2 0.25 g with The adsorption capacity was 2.34 mg/g, 2.08 mg/g and 2.02 mg/g, respectively.

PENDAHULUAN

Polutan logam berat yang tidak terkendali di lingkungan perairan menimbulkan ancaman yang sangat besar bagi kehidupan manusia dan sistem ekologi. Upaya besar telah banyak dilakukan untuk mengembangkan teknik yang sangat efektif dalam menghilangkan logam berat dari dalam air. Adsorpsi merupakan metode sangat umum dan praktis untuk mengurangi atau menghilangkan kadar logam berat di dalam air. Permintaan akan pengembangan bahan adsorben logam berat sangat besar dengan kapasitas adsorpsi yang tinggi, kinetika adsorpsi-desorpsi yang tinggi serta pemisahan yang mudah.

Partikel nanomagnetik (Fe_3O_4) dianggap berpotensi untuk menjadi adsorben logam berat, tetapi yang paling umum digunakan sebagai adsorben magnetik adalah oksida besi. Oksida besi memiliki sifat yang sangat rentan terhadap pencucian kondisi asam (Wang *et al.*, 2010).

Dalam beberapa tahun terakhir, banyak penelitian yang ditujukan untuk fungsionalisasi permukaan nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) sebagai pelapis untuk memperoleh sifat signifikan setelahnya. Meskipun ada banyak jenis bahan yang tersedia untuk lapisan

nanopartikel magnetik (Fe_3O_4), seperti oksida logam, logam mulia, dan bahan polimer, silika (SiO_2) masih dianggap sebagai kandidat terbaik untuk fungsionalisasi permukaan.

Aplikasi silika (SiO_2) dalam kehidupan sangat luas, yaitu digunakan untuk mengurangi kelembapan udara dan dalam industri ban, tekstil, semen, kosmetik dan lain-lain (Munasir, dkk, 2013; Munasir, dkk, 2015). Selain itu silika juga dapat digunakan sebagai adsorben, katalisator maupun media filter.

Silika (SiO_2) mempunyai sifat yang stabil dalam kondisi asam dan inert untuk reaksi redoks apabila dibandingkan dengan bahan pelapis organik. Oleh karena itu, silika (SiO_2) berfungsi sebagai *shell* komposit yang ideal untuk melindungi magnetik. Selain itu, lapisan silika (SiO_2) memiliki banyak gugus hidroksil permukaan yang memberikan kemudahan fungsionalisasi bagi nanopartikel magnetik (Lu *et al.*, 2007)

Pada penelitian sebelumnya, Nassar (2010) menggunakan nanopartikel Fe_3O_4 sebagai adsorben Pb (II), dengan adsorpsi sangat cepat dan kesetimbangan dalam waktu kurang lebih 30 menit. Wang *et al* (2010) telah melakukan sintesis dan karakterisasi komposit

nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ sebagai adsorben logam berat, pada suhu 45°C diperoleh kapasitas serap Cu (II) sebesar 0,69 mmol/g, Pb (II) sebesar 0,54 mmol/g dan Cd (II) sebesar 0,33 mmol/g. Kemudian Abbas *et al* (2014) juga melakukan sintesis nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_2@\text{SiO}_2$ yang digunakan untuk meningkatkan stabilitas dan biokompabilitas dari nanokubik *core shell*.

Berdasarkan uraian diatas, peneliti tertarik dengan pengaruh komposisi nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ untuk aplikasi adsorben logam berat yang berbasis material alam. Sintesis Fe_3O_4 berasal dari pasir besi Lumajang dan sintesis SiO_2 dari pasir Bancar yang nantinya akan membentuk nanokomposit dengan formasi $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ *core shell* yang dapat diaplikasikan sebagai adsorben logam berat.

METODE

A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas kimia, gelas ukur, furnice, magnetic stirrer, kertas saring, kertas PH, neraca digital, spatula, pipet, stopwatch, corong, crucible, mortar dan alu, aluminium foil, magnet permanen, kardus, lampu 60 watt, labu ukur 1000mL. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pasir Bancar Tuban, NaOH, HCL, NH_4OH , aquades, PEG 4000, serbuk Pb (NH_3)₂ dan aquadm.

B. Variabel Operasional Penelitian

Variabel operasional dalam penelitian ini meliputi Variabel manipulasi adalah massa SiO_2 , massa Fe_3O_4 dan waktu kontak. Variabel control adalah massa PEG, massa nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$, volume larutan adsorbat, dan konsentrasi logam berat Pb (II). Sedangkan variabel respons adalah kapasitas adsorpsi $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ *core shell* pada logam berat.

C. Prosedur Penelitian

Pembentukan nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ diawali dengan mencairkan serbuk PEG dengan diaduk diatas *stirrer* pada suhu 60°C selama 10 menit. Setelah itu menambahkan serbuk Fe_3O_4 dengan diaduk sampai merata. Kemudian memasukkan serbuk SiO_2 ke dalam campuran tersebut. Endapan yang dihasilkan dikeringkan pada suhu ruang. Langkah-langkah tersebut diulang dengan massa SiO_2 dan massa Fe_3O_4 yang berbeda (Munasir, 2017)..

Aplikasi nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ sebagai adsorben logam berat dilakukan dengan cara membuat sampel berbentuk pellet dengan massa 1 gram untuk masing-masing sampel. Sampel tersebut kemudian dimasukkan ke dalam kantong berpori, kemudian dicelupkan ke dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang memiliki konsentrasi ion Pb (II) sebesar 60 mg/L dengan waktu kontak masing-masing sampel selama 105 menit.

Tahap Karakterisasi $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$

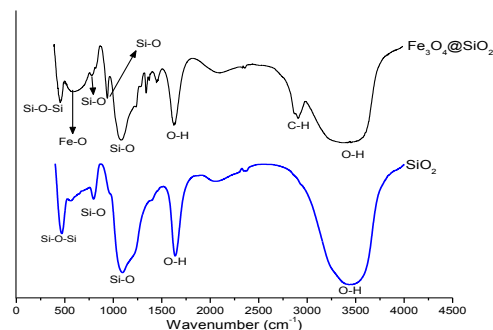
Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ diuji XRD untuk mengetahui adanya komposit yang terbentuk. FTIR untuk mengetahui gugus fungsi. SEM EDX untuk mengetahui struktur morfologi permukaan. BET untuk mengetahui luas permukaan dan AAS untuk mengetahui kapasitas serap nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ terhadap logam berat Pb (II).

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Uji XRD

Hasil uji XRD menunjukkan pola difraksi dari Fe_3O_4 dan silika amorf dengan puncak difraksi nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ yang terjadi pada sudut $2\theta = 30.6^\circ, 35.7^\circ, 43.4^\circ, 53.5^\circ, 57.3^\circ, 63.0^\circ$ (Sampel 1) kemudian $30.5^\circ, 35.5^\circ, 43.3^\circ, 53.5^\circ, 57.3^\circ, 62.8^\circ$ (Sampel 2) dan $30.2^\circ, 35.6^\circ, 43.4^\circ, 53.3^\circ, 57.7^\circ, 62.9^\circ$ (Sampel 3) dengan bidang kristal masing-masing (220), (311), (400), (422), (511), (440) yang juga menunjukkan puncak dari Fe_3O_4 yang tidak berubah.

B. Hasil Uji FTIR



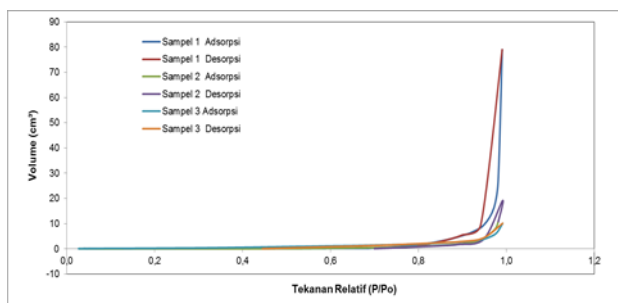
Gambar 1 Hasil Uji FTIR SiO_2 dan nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$

Berdasarkan hasil uji FTIR, pada bilangan gelombang $586,28\text{ cm}^{-1}$ ada vibrasi ikatan Fe-O yang merupakan karakteristik dari puncak Fe_3O_4 (Zamani and Izadi, 2014). Pada hasil FTIR juga terdapat vibrasi ikatan Si-O-Si dan Si-O yang merupakan karakteristik dari SiO_2 (Xue *et al.*, 2015). Gugus-gugus fungsi tersebut memiliki kemiripan dengan karakteristik gugus fungsi nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ yang diperoleh dari referensi.

C. Hasil Uji BET

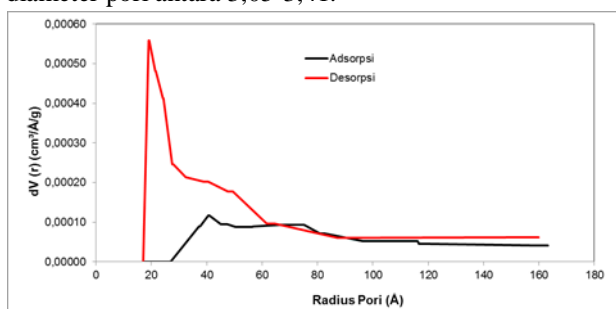
Gambar 2 merupakan grafik merupakan gambar adsorpsi/desorpsi nitrogen isothermis nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ yang juga dapat digunakan untuk menentukan persamaan BET nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$. Persamaan BET digambarkan dari data linier yang terletak pada tekanan relatif antara 0,1 – 0,35 yang dapat digunakan untuk menentukan *surface area* pori menggunakan persamaan dasar BET dengan berat

molekul dan penampang melintang nitrogen masing-masing 28,013 gram dan 16,2 Å.



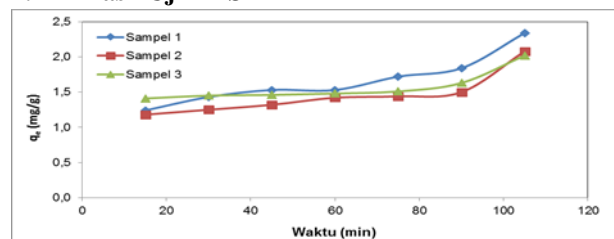
Gambar 2 Adsorpsi/desorpsi nitrogen isoteris nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$

Gambar 3 menunjukkan distribusi ukuran pori pada nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ berdasarkan cabang adsorpsi dan desorpsi dengan metode Barret-Joyner-Halenda (BJH). Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ memiliki diameter pori antara 3,05-3,41.



Gambar 3 Analisis distribusi pori nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ dengan metode BJH

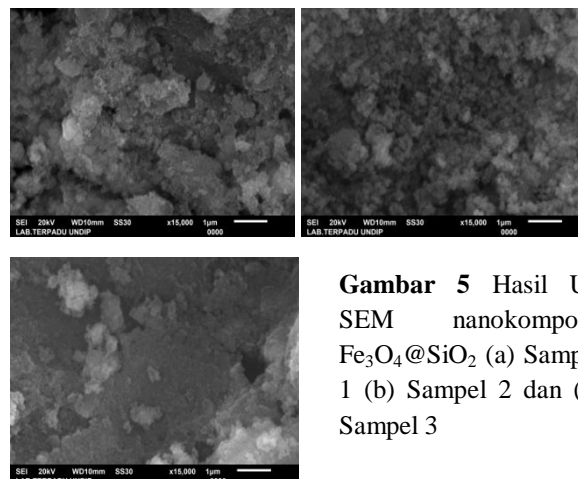
D. Hasil Uji AAS



Gambar 4 Hasil uji AAS nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$

Berdasarkan Gambar 4, Sampel 1 memiliki kapasitas adsorpsi paling tinggi yaitu 2,34 mg/g dengan konsentrasi ion logam Pb (II) yang terserap sebesar 23,4 mg/l. Kemudian Sampel 2 memiliki kapasitas adsorpsi 2,08 mg/g dengan konsentrasi ion Pb (II) yang terserap sebesar 20,08 mg/l, dan yang paling rendah adalah sampel 3 dengan kapasitas adsorpsi 2,02 mg/g dan konsentrasi ion Pb (II) yang terserap sebesar 20,2 mg/l.

E. Hasil Uji SEM EDX



Gambar 5 Hasil Uji SEM nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ (a) Sampel 1 (b) Sampel 2 dan (c) Sampel 3

Berdasarkan gambar SEM dapat dilihat bahwa pada Sampel 1, Sampel 2 dan Sampel 3 hampir mirip, dengan permukaan yang hampir datar dan memiliki beberapa rongga serta gumpalan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ yang tidak teratur. Hal ini terjadi karena sebagian besar SiO_2 berbentuk sferoid dan Fe_3O_4 (berwarna putih) memiliki cara distribusi yang tidak seragam.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan yang telah dilakukan dalam penelitian ini, maka dapat diambil kesimpulan bahwa nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ core shell mampu menyerap ion logam Pb (II). Sampel 1 merupakan sampel yang paling baik digunakan sebagai adsorben logam berat. Hasil analisis AAS telah sesuai dengan hasil analisis BET, di mana Sampel 1 memiliki luas permukaan dan volume pori yang besar sehingga memiliki kapasitas adsorpsi yang paling besar juga yaitu 2,34 mg/g.

Saran

Untuk mendapatkan hasil yang lebih baik dan tepat sasaran dalam penelitian ini, maka disarankan sebelum melakukan komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$, hendaknya mencari komposisi massa pada masing-masing variasi yang sesuai agar mendapatkan hasil komposit yang sesuai dengan harapan., selama proses sintesis komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ pastikan telah melihat dan mencatat suhu ruang. Selain itu, berilah perlakuan suhu sesuai dengan langkah-langkah dalam membuat komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ agar komposit tersebut bereaksi dengan sempurna, pada saat proses adsorpsi hendaknya memperhatikan langkah-langkah yang sesuai prosedur serta memperhatikan reaksi-reaksi yang berkaitan dengan proses tersebut sehingga dapat memperoleh hasil yang sesuai ketika diuji AAS, dan sebelum karakterisasi SEM EDX, sebaiknya dipastikan dulu sampel yang akan diuji SEM EDX dan

pada saat pengujian SEM EDX berlangsung kita harus melihat hasilnya secara langsung agar hasil gambarnya sesuai dengan harapan. Pada penelitian selanjutnya ada studi tentang suhu PEG saat kalsinasi sampel nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ setelah dikompaksi. Pada proses adsorpsi, larutan yang mengandung ion logam berat sebaiknya dibuat mengalir.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, M., 2014. *Fe₃O₄/SiO₂ Core/Shell Nanocubes: Novel Coating Approach with Tunable Silica Thickness and Enhancement in Stability and Biocompatibility*. J. Nanomedicine Nanotechnol. 05. doi:10.4172/2157-7439.1000244
- Lu, C.-W., Hung, Y., Hsiao, J.-K., Yao, M., Chung, T.-H., Lin, Y.-S., Wu, S.-H., Hsu, S.-C., Liu, H.-M., Mou, C.-Y., Yang, C.-S., Huang, D.-M., Chen, Y.-C., n.d. Bifunctional Magnetic Silica Nanoparticles for Highly Efficient Human Stem Cell Labeling. Nano Lett 7, 2007.
- Munasir, A S Dewanto, A Yulianingsih, I K F Saadah, Z A I Supardi, A Mufid, dan A Taufiq, 2017. *Composites of Fe₃O₄/SiO₂ from Natural Material Synthesized by Co-Precipitation Method*. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering **202** (2017) 012057 doi:10.1088/1757-899X/202/1/012057
- Munasir, Triwikantoro, Zainuri M and Darminto 2015 Synthesis of SiO₂ nanopowders containing quartz and cristobalite phases from silica sands *Mater. Sci.-Pol.* **33** 47–55.
- Munasir, Sulton A, Triwikantoro, Zainuri M and Darminto 2013 Synthesis of silica nanopowder produced from Indonesian natural sand via alkalifussion route *AIP Conference Proceedings International Conference On Theoretical And Applied Physics (LCTAP 2012)*, vol 1555(AIP Publishing)pp 28–31.
- Nassar, N.N., 2010. *Rapid removal and recovery of Pb(II) from wastewater by magnetic nanoadsorbents*. J. Hazard. Mater. 184, pp. 538–546. doi:10.1016/j.jhazmat.2010.08.069
- Wang, J., Zheng, S., Shao, Y., Liu, J., Xu, Z., Zhu, D., 2010. *Amino-functionalized Fe₃O₄@SiO₂ core-shell magnetic nanomaterial as a novel adsorbent for aqueous heavy metals removal*. J. Colloid Interface Sci. 349, pp. 293–299. doi:10.1016/j.jcis.2010.05.010
- Xue, F., Dong, Y., Hu, P., Deng, Y., Wei, Y., 2015. *Ethylenediamine-functionalized magnetic Fe₃O₄@SiO₂ nanoparticles: cooperative trifunctional catalysis for selective synthesis of nitroalkenes*. RSC Adv 5, pp. 73684–73691. doi:10.1039/C5RA11798D
- Zamani, F., Izadi, E., 2014. *Polyvinyl amine coated Fe₃O₄@SiO₂ magnetic microspheres for Knoevenagel condensation*. Chin. J. Catal. pp. 35, 21–27. doi:10.1016/S1872-2067(12)60685-8